

3/5/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

014344551 **Image available**
WPI Acc No: 2002-165254/*200222*

XRAM Acc No: C02-051161

Oxidation colorant for keratin fibers e.g. hair with 4-aminobenzimidazole coupler contains developers of different structure of p-phenylene diamine and bis(4-aminophenyl)-diazole, diazine or diazepine and alkylene diamine type

Patent Assignee: HENKEL KGAA (HENK)

Inventor: ROSE D

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
<u>DE 10034617</u>	A1	20020131	DE 1034617	A	20000717	200222 B

Priority Applications (No Type Date): DE 1034617 A 20000717

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
DE 10034617	A1	7	A61K-007/13	

Abstract (Basic): *DE 10034617* A1

NOVELTY - In an oxidation colorant for keratin fibers, especially hair, containing not less than 2 developers of different structure and (substituted) 4-aminobenzimidazole(s) as coupler, the developers are selected from p-phenylene diamines of different structural types, comprising p-phenylene diamines, N,N'-bis(4-aminophenyl)-diazole, diazine and diazepine compounds and N,N'-bis(4-aminophenyl)-alpha,omega-(hydroxy)alkylene diamines or their salts.

DETAILED DESCRIPTION - In an oxidation colorant for keratin fibers, especially hair, containing a combination of not less than 2 developer components of different structure and 4-aminobenzimidazole(s), optionally with a 1-4 carbon (C) alkyl substituent in the 1-, 2-, 5- or 6-position, as coupler component, in an aqueous vehicle, the developers are selected from p-phenylene diamines of different structural types, comprising optionally substituted p-phenylene diamines (I), N,N'-bis(4-aminophenyl)-diazole, diazine and diazepine compounds (II) and N,N'-bis(4-aminophenyl)-alpha,omega-(hydroxy)alkylene diamines (III) or their salts.

Phe=p-phenylene;

R1=hydrogen (H) or 1-4 C (hydroxy)alkyl or (hydroxy)alkoxy;

(x+y)=3-5;

R2, R3=H, 1-4 C alkyl or 2-4 C hydroxyalkyl;

A=1-6 C (hydroxy)alkylene.

USE - The colorants are used in a method of coloring keratin fibers, especially hair, in which the fibers are treated with the colorant and an oxidant and/or catalyst to activate oxidation, and washed with water or an aqueous surfactant formulation after a treatment time (all claimed).

ADVANTAGE - These combinations of p-phenylene diamine-type developers with 4-aminobenzimidazole give very intense colors and have equally good affinity for worn and new parts of the hair.

pp; 7 DwgNo 0/0

Title Terms: OXIDATION; KERATIN; HAIR; COUPLE; CONTAIN; DEVELOP; STRUCTURE; P; PHENYLENE; DI; AMINOPHENYL; DIAZOLE; DIAZINE; DIAZEPINE; ALKYLENE; TYPE

Derwent Class: D21; E13; E14

International Patent Class (Main): A61K-007/13

File Segment: CPI



(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

(12) **Offenlegungsschrift**
(10) DE 100 34 617 A 1

(51) Int. Cl.⁷:
A 61 K 7/13

(21) Aktenzeichen: 100 34 617.0
(22) Anmeldetag: 17. 7. 2000
(43) Offenlegungstag: 31. 1. 2002

(71) Anmelder:
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

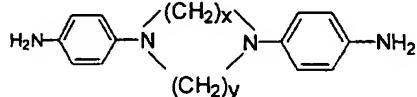
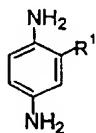
(72) Erfinder:
Rose, David, Dr., 40723 Hilden, DE

DE 100 34 617 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

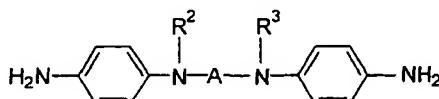
(54) Oxidationshaarfarbstoff

(57) Oxidationshaarfarbstoff zur Färbung von Keratinfasern, insbesondere von Haaren, die in einem wässrigen Träger eine Kombination von wenigstens zwei Entwicklerkomponenten unterschiedlicher Struktur, ausgewählt aus p-Phenyldiamin-Derivaten der Formel I, II und III



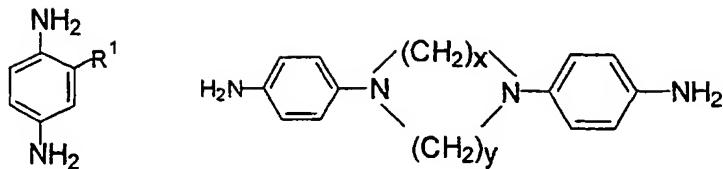
I)

II)

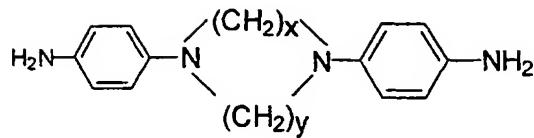


III)

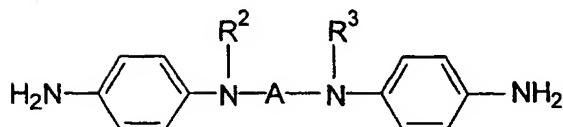
oder deren Salze und wenigstens ein 4-Aminobenzimidazol als Kuppler enthalten, zeichnen sich durch intensive, blaue bis grüne Nuancen mit gleichmäßigem Aufziehvermögen auf frisch nachgewachsenen wie auf strapaziertem Haar aus.



I)



II)



III)

in welchen R¹ Wasserstoff, eine C₁-C₄-Alkyl- oder Hydroxyalkylgruppe, eine C₁-C₄-Alkoxy- oder Hydroxyalkoxygruppe ist, die Summe aus (x + y) eine Zahl von 3 bis 5, R² und R³ unabhängig voneinander Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl- oder C₂-C₄-Hydroxyalkylgruppen sind und A eine C₁-C₆-Alkylen- oder Hydroxyalkylengruppe ist, oder deren Salzen. Als Hydroxyalkylgruppe wird dabei auch eine 1,2-Dihydroxypropylgruppe angesehen.

[0010] Als Keratinfasern sind dabei Wolle, Federn, Pelze und insbesondere menschliche Haare zu verstehen.

[0011] Als Entwickler werden also jeweils wenigstens zwei Verbindungen eingesetzt, von denen wenigstens eine der Formel I und eine der Formel II oder III angehört oder von denen wenigstens eine der Formel II und eine der Formel III angehört. Gegebenenfalls kann man auch drei oder mehr Entwicklerverbindungen einsetzen, von denen wenigstens eine der Formel I, wenigstens eine der Formel II und wenigstens eine der Formel III angehört. Die auf diese Weise zugänglichen Oxidationsfärbungen liegen überwiegend im Bereich blauer bis grüner Nuancen. Geeignete p-Phenyldiamine der Formel I wurden bereits genannt, bevorzugt geeignet sind z. B.

- p-Toluylendiamin
- 2,5-Diaminophenylethanol
- 2,5-Diaminophenoxyethanol und
- 2-Hydroxymethyl-p-phenyldiamin

[0012] Geeignete zweikernige p-Phenyldiamine der Formel II wurden ebenfalls bereits oben erwähnt. Besonders geeignet sind z. B. N,N'-Bis-(4'-aminophenyl)-1,4-diazacycloheptan oder N,N'-Bis-(4'-aminophenyl)-piperazin.

[0013] Geeignete zweikernige p-Phenyldiamine der Formel III sind z. B. 1,3-N,N'-Bis-(2'-hydroxyethyl)-N,N'-bis-(4'-aminophenyl)-diaminopropan-2-ol oder N,N'-Bis-(4'-aminophenyl)-propylendiamin.

[0014] Besonders bevorzugt sind die Entwickler der Formel I ausgewählt aus der Gruppe 2,5-Diaminophenylethanol und 2,5-Diaminophenoxyethanol. Als Entwickler der Formel II wird bevorzugt das N,N'-Bis-(4-aminophenyl)-1,4-diazacycloheptan eingesetzt. Als Entwickler der Formel III ist bevorzugt das 1,3-N,N'-Bis-(2-hydroxyethyl)-N,N'-bis-(4-aminophenyl)-diaminopropan-2-ol enthalten.

[0015] Zur weiteren Nuancierung können die erfindungsgemäßen Haarfärbemittel weitere übliche Entwickler- und/oder Kupplerverbindungen enthalten.

[0016] Erfindungsgemäß bevorzugte weitere Kupplerkomponenten sind 1-Naphthol, Pyrogallol, 1,5-, 2,7- und 1,7-Dihydroxynaphthalin, o-Aminophenol, 5-Amino-2-methylphenol, m-Aminophenol, Resorcin, Resorcinmonomethylether, m-Phenyldiamin, 1-Phenyl-3-methyl-pyrazolon-5, 2,4-Dichlor-3-aminophenol, 1,3-Bis-(2',4'-diaminophenoxy)-propan, 4-Chlorresorcin, 2-Chlor-6-methyl-3-aminophenol, 2-Methylresorcin, 5-Methylresorcin, 2,5-Dimethylresorcin, 2,6-Dihydroxypyridin, 2,6-Diaminopyridin, 2-Amino-3-hydroxypyridin, 2,6-Dihydroxy-3,4-diaminopyridin, 3-Amino-2-methylamino-6-methoxypyridin, 2,6-Bis-(2'-hydroxyethylamino)-toluol, 2,4-Diaminophenoxyethanol, 1-Methoxy-2-amino-4-(2'-hydroxyethylamino)-benzol, 2-Methyl-4-chlor-5-amino-phenol, 6-Methyl-1,2,3,4-tetrahydro-chinoxalin, 3,4-Methylendioxyphenol, 3,4-Methylendioxyanilin, 2,6-Dimethyl-3-amino-phenol, 3-Amino-6-methoxy-2-methylaminophenol, 2-Hydroxy-4-aminophenoxyethanol, 2-Methyl-5-(2'-hydroxyethylamino)-phenol und 2,6-Dihydroxy-3,4-dimethylpyridin.

[0017] Die Entwickler- und Kupplerkomponenten können auch in Form ihrer wasserlöslichen Säureadditionssalze, z. B. als Hydrochloride, Sulfate, Phosphate, Lactate, Acetate oder Glycolate enthalten sein.

[0018] Die erfindungsgemäßen Haarfärbemittel enthalten sowohl die Entwicklerkomponenten als auch die Kupplerkomponenten bevorzugt in einer Menge von 0,005 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 5 Gew.-%, jeweils bezogen auf das gesamte Oxidationsfärbemittel.

[0019] Dabei werden Entwicklerkomponenten und Kupplerkomponenten im allgemeinen in etwa molaren Mengen zu einander eingesetzt. Wenn sich auch der molare Einsatz als zweckmäßig erwiesen hat, so ist ein gewisser Überschuß ein-

DE 100 34 617 A 1

sein.

[0034] Zusätzlich können noch weitere Hilfsmittel enthalten sein, die die Stabilität und Anwendungseigenschaften der Oxidationsfärbemittel verbessern, z. B. Komplexbildner wie EDTA, NTA oder Organophosphonate, Quell- und Penetrationsmittel wie z. B. Harnstoff, Guanidin, Hydrogencarbonate, Puffersalze wie z. B. Ammoniumchlorid, Ammoniumcitrat, Ammoniumsulfat oder Alkanolammoniumsalze und gegebenenfalls Treibgase.

[0035] Die oxidative Entwicklung der Färbung kann grundsätzlich mit Luftsauerstoff erfolgen. Bevorzugt wird jedoch ein chemisches Oxidationsmittel eingesetzt, besonders dann, wenn neben der Färbung ein Aufhelleffekt an menschlichem Haar gewünscht ist. Als Oxidationsmittel kommen Persulfate, Chlorite und insbesondere Wasserstoffperoxid oder dessen Anlagerungsprodukte an Harnstoff, Melamin sowie Natriumborat in Frage. Man kann aber das Oxidationsfärbemittel auch zusammen mit einem Katalysator auf das Haar aufbringen, der die Oxidation der Farbstoffvorprodukte, z. B. durch Luftsauerstoff, aktiviert. Solche Katalysatoren sind z. B. Übergangsmetallverbindungen, Jodide, Chinone oder bestimmte Enzyme. Geeignete Enzyme sind z. B. Peroxidasen, die die Wirkung geringer Mengen an Wasserstoffperoxid deutlich verstärken können. Andere geeignete Enzyme sind z. B. Meerrettich-Oxidase oder Phenoloxidasen, wie z. B. die Laccase, oder Orido-Reduktasen, welche die Oxidation der Farbstoffvorprodukte biokatalytisch unter Reduktion der entsprechenden Substrate aktivieren.

[0036] Besonders geeignete Katalysatoren für die Oxidation der Farbstoffvorläufer sind die sogenannten 2-Elektronen-Oxidoreduktasen in Kombination mit den dafür spezifischen Substraten, z. B.

- Pyranose-Oxidase und z. B. D-Glucose oder Galactose,
- Glucose-Oxidase und D-Glucose,
- Glycerin-Oxidase und Glycerin,
- Pyruvat-Oxidase und Brenztraubensäure oder deren Salze,
- Alkohol-Oxidase und Alkohol (MeOH, EtOH),
- Lactat-Oxidase und Milchsäure und deren Salze,
- Tyrosinase-Oxidase und Tyrosin,
- Uricase und Harnsäure oder deren Salze,
- Cholinoxidase und Cholin,
- Aminosäure-Oxidase und Aminosäuren.

[0037] Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist daher ein Verfahren zum Färben von Keratinfasern, insbesondere von Haaren, bei dem man auf die Faser ein erfindungsgemäßes Oxidationsfärbemittel zusammen mit einem Oxidationsmittel und/oder mit einem Katalysator zur Aktivierung der Oxidation aufbringt und nach einer Einwirkungszeit wieder mit Wasser oder mit einer wäßrigen Tensidzubereitung abspült.

[0038] Zweckmäßigerweise wird die Zubereitung des Oxidationsmittels unmittelbar vor dem Haarfärben mit der Zubereitung aus den Oxidationsfarbstoffvorprodukten vermischt. Das dabei entstehende gebrauchsfertige Haarfärbepräparat sollte bevorzugt einen pH-Wert im Bereich von 6 bis 10 aufweisen. Besonders bevorzugt ist die Anwendung der Haarfärbemittel in einem schwach alkalischen Milieu. Die Anwendungstemperaturen können in einem Bereich zwischen 15 und 40°C liegen. Nach einer Einwirkungszeit von ca. 30 Minuten wird das Haarfärbemittel durch Ausspülen von dem zu färbenden Haar entfernt. Das Nachwaschen mit einem Shampoo entfällt, wenn ein stark tensidhaltiger Träger, z. B. ein Färbeschampoo, verwendet wurde.

[0039] Die nachfolgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern.

Beispiele

[0040] Es wurde eine Basis-Creme der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Talgfettalkohol (C_{16} - C_{18})	17,0 g
Kokosfettalkohol (C_{12} - C_{18})	4,0 g
Natriumlaurylethersulfat (28%-ige Lösung)	40,0 g
Cocosamidopropyl Betaine (30%-ige Lösung)	25,0 g
Cetyl-/Stearylalkohol-poly(20EO)glycoether	1,5 g
Wasser	12,5 g

[0041] Es wurden Färbecremes der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

Basiscreme	50,0 g
1. Entwicklerkomponente	3,75 mmol
2. Entwicklerkomponente	3,75 mmol
4-Aminobenzimidazol (Kuppler)	0,908 (7,5 mmol)
Na_2SO_3 (Inhibitor)	1,0 g
$(NH_4)_2SO_4$	1,0 g
Konz. NH_3 -Lösung	ad pH = 10
Wasser	ad 100 g

[0042] Für die Ausfärbung wurden folgende Entwicklerverbindungen verwendet:
E1: 2,5-Diaminophenylethanol

DE 100 34 617 A 1

5. Verfahren zur Färbung von Keratinfasern, insbesondere von Haaren, dadurch gekennzeichnet, daß man auf die Fasern ein Oxidationsfärbemittel gemäß einem der Ansprüche 1–4 zusammen mit einem Oxidationsmittel und/oder einem Katalysator zur Aktivierung der Oxidation auf bringt und nach einer Einwirkungszeit wieder mit Wasser oder einer wäßrigen Tensidzubereitung abspült.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning these documents will not correct the image
problems checked, please do not report these problems to
the IFW Image Problem Mailbox.**